ГОСТ 28990—91
(ИСО 7408—83)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АММОНИЙНОГО АЗОТА В ПРИСУТСТВИИ ДРУГИХ ВЕЩЕСТВ, ВЫДЕЛЯЮЩИХ АММИАК ПРИ ОБРАБОТКЕ ГИДРООКИСЬЮ НАТРИЯ

Издание официальное

БЗ 3—2004

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

УДК 631.8:543.34:006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ

Титриметрический метод определения аммонийного азота в присутствии других веществ, выделяющих аммиак при обработке гидроокисью натрия

ГОСТ 28990—91

(ИСО 7408—83)

Fertilizers. Determination of ammoniacal nitrogen content in the presence of other substances which release ammonia when treated with sodium hydroxide. Titrimetric method

МКС 65.080
ОКСТУ 2180

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает метод определения аммонийного азота в удобрениях, содержащих другие вещества, выделяющие аммиак при обработке гидроокисью натрия, таких как мочевина или мочевиноальдегидные полимерные удобрения.

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на выделении аммиака при комнатной температуре с помощью сильного воздушного потока из испытуемого среднещелочного раствора в титрованный раствор серной кислоты и обратном титровании избыточного количества серной кислоты с помощью стандартного титрованного раствора гидроокиси натрия.

2. РЕАКТИВЫ И АППАРАТУРА

В ходе анализа следует применять только реактивы известной аналитической квалификации и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты или реактивы по приложению.

Нониловый спирт.

Углекислый калий, раствор, насыщенный при комнатной температуре.

Серная кислота, раствор концентрации приблизительно 590 г/дм^3.

Серная кислота, стандартный титрованный раствор концентрации c (H_2SO_4) = 0,25 моль/дм^3.

Серная кислота, стандартный титрованный раствор концентрации c (H_2SO_4) = 0,05 моль/дм^3.

Гидроокись натрия, раствор концентрации приблизительно 120 г/дм^3.

Гидроокись натрия, стандартный титрованный раствор концентрации c (NaOH) = 0,50 моль/дм^3.

Гидроокись натрия, стандартный титрованный раствор концентрации c (NaOH) = 0,10 моль/дм^3.

Смешанный индикатор; этаноловый раствор метилового красного.

Смешать 50 см^3 этанолового раствора метилового красного из расчета 2 г/дм^3 и 50 см^3 этанолового раствора метиленовой сини из расчета 1 г/дм^3. Цвет этого индикатора меняется от сиреневого в кислой среде к зеленому в щелочной среде, проходя через серый с pH 5,4. Допускается использование смешанного индикатора, приготовленного из метилового красного и бромкрезолового зеленого, pH 5,1.

Сульфат аммония, высушенный до постоянной массы при 100 °С.

Мочевина.

Обычное лабораторное оборудование и аппарат уноса.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

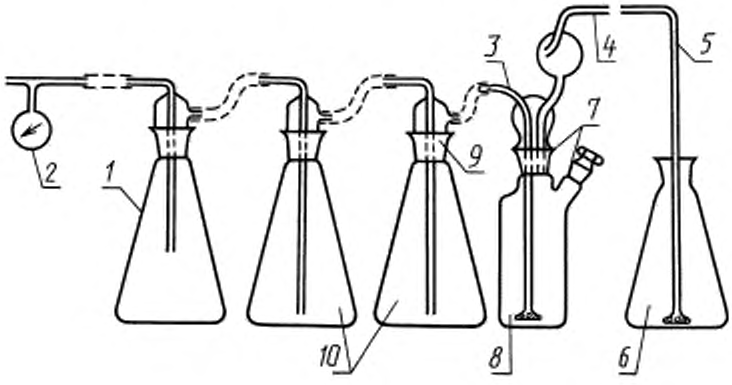
© Издательство стандартов, 1991
© ИПК Издательство стандартов, 2004

Различные части оборудования могут быть соединены с помощью пробок и резиновых трубок или с помощью притертых стеклянных шлифов. Притертые стеклянные шлифы закрепляются пружинными зажимами для обеспечения герметичности. Пробки и резиновые трубки должны быть заменены при их износе или повреждении.

Оборудование (черт. 1 и 2) состоит из следующих частей:

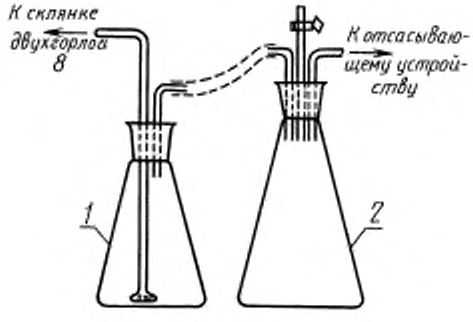
- склянка двухгорлая *8* вместимостью 350—400 см^3;
- впускная трубка *3* с грибообразным распределителем. Внешний диаметр этого распределителя — 20 мм, на поверхности имеется шесть отверстий, диаметр каждого (1±0,2) мм.

Аппаратура для количественного анализа аммонийного азота с использованием источника сжатого воздуха



Черт. 1

Аппаратура для количественного анализа аммонийного азота с использованием отсасывающего устройства



Черт. 2

Форма распределителя, количество отверстий и их диаметр должны обеспечивать достаточную диффузию воздушных пузырьков, несмотря на мощность воздушного потока;

- сбросная трубка *4* с одним брызгоотделителем.

При использовании притертых стеклянных шлифов впускная трубка *3*, сбросная трубка *4* с брызгоотделителем образуют одну жесткую систему, полностью сделанную из стекла.

Если применяется резиновая пробка, то впускная трубка и сбросная должны быть отдельными. Впускная трубка должна быть прямой и иметь одинаковый диаметр в верхнем и нижнем концах.

Впускная трубка *5*, аналогичная трубке *3*.

Коническая колба *6* вместимостью 500 см^3.

Колба с тремя горлышками *2* (см. черт. 2) или коническая колба вместимостью 500 см^3 с

впускной трубкой, выходной и запорным краном (нужен только в случае применения вакуума вместо сжатого воздуха).

Промывные колбы:

- две промывные колбы *10*, вместимостью 500 см^3, с обычными впускной и выпускной трубками (∅ 6 мм), без брызгоотделителя;

- промывная колба *1*, аналогичная колбе *10*, но с более короткой впускной трубкой.

Стеклянные притерные прокладки *7* и *9*.

Пипетки вместимостью 50—25—20 и 10 см^3.

Бюретки вместимостью 50—25 и 10 см^3.

Источник сжатого воздуха, снабженный регулятором воздушного потока, приблизительно 3000 см^3/мин или

отсасывающее устройство, например водоструйный насос по ГОСТ 25336, поддерживающий воздушный поток 3000 см^3/мин.

Расходомер *2* для измерения воздушного потока.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Взятие пробы

Около 1 г образца взвешивают и результат записывают с точностью до третьего десятичного знака. Пробу переносят в двухгорлую склянку *8*.

3.2. Установка аппарата

Устанавливают аппарат уноса и последовательно подсоединяют к двухгорлой склянке *8* в такой последовательности (см. черт. 1):

а) одну из промывных колб *10*, заполненную 250 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации 120 г/дм^3;

б) другую промывную колбу *10*, заполненную 250 см^3 раствора серной кислоты концентрации 590 г/дм^3;

в) пустую промывную колбу *1*.

Подсоединяют источник сжатого воздуха к пустой промывной колбе *1*.

При использовании сжатого воздуха подсоединяют расходомер *2* к источнику сжатого воздуха. При использовании отсасывающего устройства последний подсоединяют к конической колбе *6* через колбу с тремя горлышками *2*, как показано на черт. 2.

Примечание. Колба с тремя горлышками *2* (см. черт. 2) препятствует поступлению воды в аппаратуру при изменении давления.

Проверяют герметичность всех соединений.

3.3. Количественный анализ

3.3.1. Удобрения известного состава

В зависимости от допускаемого содержания аммонийного азота в образце с помощью пипетки в коническую колбу *6* следует ввести соответствующий объем раствора серной кислоты концентрации 0,25 или 0,05 моль/дм^3, указанного в таблице. Затем следует добавить воду до достижения уровня воды приблизительно на 50 см^3 выше отверстия впускной трубки *5*. После этого добавляют 5 капель раствора смешанного индикатора.

Через другое горлышко в двугорлую склянку *8* добавляют 50 см^3 воды, несколько капель нонилового спирта и 50 см^3 насыщенного раствора углекислого калия для получения щелочного раствора.

Примечание. Ниниловый спирт предотвращает образование пены при циркуляции воздуха.

Горлышко колбы сразу же закрывают и, используя источник сжатого воздуха или отсасывающее устройство, пропускают воздушный поток. Следует отрегулировать поток из расчета приблизительно 3000 см^3/мин и пропускать его в аппаратуру в течение 2 ч. Затем опускают коническую колбу *6* таким образом, чтобы выступ колбы поддерживал конец впускной трубки *5*. Наружную сторону трубки промывают водой, собрав промывную воду в колбу, и останавливают воздушный поток.

Избыток кислоты в конической колбе титруют соответствующим раствором гидроокиси натрия (см. таблицу) до нейтральной окраски (серая) в присутствии смешанного индикатора.

Реактивы, требуемые для титрования

Допустимое содержание аммонийного азота, %, (м/м)	Раствор серной кислоты, добавленный в коническую колбу		Раствор гидроокиси натрия, применяемый для титрования
	концентрация, моль/дм^3	объем, см^3	концентрация, моль/дм^3
> 3,5	0,25	40,0	0,5
≥ 1,0 ≤ 3,5	0,05	40,0	0,1
< 1,0	0,05	10,0	0,1

3.3.2. Удобрения неизвестного состава

Выполняют те же операции, что и в п. 3.3.1 для удобрений с более чем 3,5 % (м/м) аммонийного азота, а затем руководствуются следующими правилами.

Затем приемную (сборную) коническую колбу *6* заменяют новой конической колбой, содержащей 10 см^3 титрованного раствора серной кислоты концентрации 0,25 моль/дм^3, 5 капель раствора смешанного индикатора и такое количество воды, чтобы уровень жидкости был на 50 см^3 выше отверстия впускной трубки. Вновь подключают воздушный поток, отрегулировав его из расчета приблизительно 3000 см^3/мин, и пропускают в течение 1 ч. Затем опускают коническую колбу таким образом, чтобы выступ колбы поддерживал конец впускной трубки *5*. Наружную сторону трубки промывают водой, собрав промывную воду в колбу, и останавливают воздушный поток.

Избыток кислоты в конической колбе титруют раствором гидроокиси натрия концентрации 0,5 моль/дм^3 до нейтральной окраски (серой) в присутствии смешанного индикатора. Объединяют результаты каждого определения.

3.4. Холостой опыт

Параллельно количественному анализу и руководствуясь теми же правилами, проводят холостой опыт, используя те же реактивы, что и при количественном анализе, но без взятия пробы и используя растворы серной кислоты концентрации 0,05 моль/дм^3 и гидроокиси натрия концентрации 0,10 моль/дм^3.

3.5. Контрольное испытание

Следует периодически проверять эффективность аппарата и точность метода. Для этого взвешивают 4,716 г сульфата аммония и 25 г мочевины в мерной колбе вместимостью 250 см^3, растворяют в 200 см^3 воды и доводят до метки.

В качестве пробы берут 25,0 см^3 этого раствора, эквивалентного 100 мг аммонийного азота, проводя контроль в тех же условиях, что и при количественном анализе и холостом опыте, и используя тот же индикатор.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю аммонийного азота в процентах от массы азота (N) рассчитывают по формуле

$$(2V_1c_1 - V_2c_2) - (2V_1c_1 - V_3c_2) \cdot 14{,}006 \cdot \frac{100}{m \cdot 100},$$

где c_1 — концентрация раствора серной кислоты, используемой для количественного анализа и для холостого опыта, моль/дм^3;

c_2 — концентрация раствора гидроокиси натрия, используемой для количественного анализа и для холостого опыта, моль/дм^3;

V_1 — объем раствора серной кислоты, используемой для количественного анализа и холостого опыта, см^3;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия, используемого для количественного анализа, см^3;

V_3 — объем раствора гидроокиси натрия, используемого для холостого опыта, см^3;

m — масса пробы, г.

5. ПРАВИЛЬНОСТЬ (ТОЧНОСТЬ) МЕТОДА

5.1. Результаты правильности опыта статистически проверялись в ходе межлабораторных испытаний, в которых участвовали 16 лабораторий (6 стран) с 7 уровнями. Не было получено никакой статистической связи между повторяемостью (r) и воспроизводимостью (R) среднего значения содержания аммонийного азота в образцах.

5.2. Повторяемость (r)

Расхождение между отдельными результатами, полученными одновременно и за короткий интервал времени одним и тем же лаборантом на одних и тех же аппаратуре, опытном материале и одних и тех же опытных условиях, не должно превышать 0,16 % (м/м) содержания, выраженного в пересчете на азот (N) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ %.

5.3. Воспроизводимость (P)

Расхождение между отдельными результатами, полученными различными лаборантами, в различных лабораториях для одного и того же опытного материала, не должно превышать 0,71 % (м/м) содержания, выраженного в пересчете на азот (N) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ %.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

РЕАКТИВЫ И ПОСУДА

Калий углекислый по ГОСТ 10690.
Кислота серная по ГОСТ 4204.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.
Аммония сульфат по ГОСТ 9097.
Мочевина по ГОСТ 6691.
Колба коническая 6 по ГОСТ 25336.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Государственной ассоциацией «Агрохим»

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 25.04.91 № 585

Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 7408—83 «Удобрения. Титриметрический метод определения аммонийного азота в присутствии других веществ, выделяющих аммиак при обработке гидроокисью натрия» и полностью ему соответствует

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 4204—77	Приложение
ГОСТ 4328—77	»
ГОСТ 6691—77	»
ГОСТ 9097—82	»
ГОСТ 10690—73	»
ГОСТ 25336—82	2, приложение

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2004 г.

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 23.08.2004. Подписано в печать 02.09.2004. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,60. Тираж 101 экз. С 3693. Зак. 766.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102